

=> s e2

L1 1 SU681107/PN

BEST AVAILABLE COPY

=> d 11 all

L1 ANSWER 1 OF 1 WPINDEX COPYRIGHT 2004 THE THOMSON CORP on STN

Full
Text

AN 1980-30592C [17] WPINDEX

TI Nitric acid oxidn. of non-ferrous metal cpds. - includes liquid phase dispersion into cooled gas phase and oxygen injection.

DC M25

IN KONKOVA, F S; KOZMIN, Y U A; STRUNNIKOV, S G
PA (NONF-R) NONFERR MET MINE

CYC 1

PI SU 681107 A 19790825 (198017)*

<--

PRAI SU 1977-2483805 : 19770505

IC C22B003-00

AB SU 681107 A UPAB: 19930902

Metal cpds. e.g. sulphides, are oxidised with HNO₃ and O₂ at elevated temps. with simultaneous regeneration of HNO₃ in one unit with dispersion of the liquid phase into the gas phase.To reduce the working pressure and temp., the gas phase is cooled to 10-25 degrees C and O₂ is fed into the gas space above the phase interface, at a height of 1-10 cm above the liquid surface.The method can be used in processes using HNO₃ either as an independent oxidising agent or as a catalyst for oxidation of materials using O₂, e.g. metals and their sulphides, oxidation of As cpds. bivalent Fe salts, etc.

FS CPI

FA AB

MC CPI: M25-B

=> logoff y

COST IN U.S. DOLLARS

SINCE FILE

TOTAL

FULL ESTIMATED COST

ENTRY

SESSION

11.87

12.92

STN INTERNATIONAL LOGOFF AT 10:50:36 ON 28 DEC 2004

Abstract included in International Search
 Report as "x" document

L1 ANSWER 1 OF 1 WPINDEX COPYRIGHT 2004 THE THOMSON CORP on STN

**Full
Text**

AN 1980-30592C [17] WPINDEX
TI Nitric acid oxidn. of non-ferrous metal cpds. - includes liquid phase dispersion into cooled gas phase and oxygen injection.
DC M25
IN KONKOVA, F S; KOZMIN, Y U A; STRUNNIKOV, S G
PA (NONF-R) NONFERR MET MINE
CYC 1
PI SU 681107 A 19790825 (198017)* <--
PRAI SU 1977-2483805 19770505
IC C22B003-00
AB SU 681107 A UPAB: 19930902
Metal cpds. e.g. sulphides, are oxidised with HNO₃ and O₂ at elevated temps. with simultaneous regeneration of HNO₃ in one unit with dispersion of the liquid phase into the gas phase.
To reduce the working pressure and temp., the gas phase is cooled to 10-25 degrees C and O₂ is fed into the gas space above the phase interface, at a height of 1-10 cm above the liquid surface.
The method can be used in processes using HNO₃ either as an independent oxidising agent or as a catalyst for oxidation of materials using O₂, e.g. metals and their sulphides, oxidation of As cpds. bivalent Fe salts, etc.
FS CPI
FA AB
MC CPI: M25-B

BEST AVAILABLE COPY

Союз Советских
Социалистических
Республик



Государственный комитет
СССР
по делам изобретений
и открытий

О П И САНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

(11) 681107

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(61) Дополнительное к авт. свид-ву-

(22) Заявлено 050577 (21) 2483805/22-02

с присоединением заявки № -

(23) Приоритет-

Опубликовано 250879. Бюллетень № 31

Дата опубликования описания 250879

(51) М. Кл.²

С 22 В 3/00

(53) УДК 661.2.511
(088.8).

(72) Авторы изобретения Ю.А. Козьмин, С.Г. Струнников, Ф.С. Конькова, Т.И. Клевцова, А.Е. Порхунов, В.И. Полулях, Н.А. Рябова, А.И. Воронин и А.А. Дюсекина

(71) Заявитель Всесоюзный ордена Трудового Красного Знамени научно-исследовательский горно-металлургический институт цветных металлов

(54) СПОСОБ ОКИСЛЕНИЯ СОЕДИНЕНИЙ МЕТАЛЛОВ

1
Изобретение относится к цветной металлургии и может быть использовано в производствах, применяющих азотную кислоту либо как самостоятельный окислитель, либо как катализатор для окисления материалов кислородом, например металлов и их сульфидов, окисление мишьяковистых соединений, солей двухвалентного железа и т.д.

Известен способ окисления соединений металлов, например сульфидов, азотной кислотой и кислородом при повышенной температуре с одновременной регенерацией азотной кислоты кислородом в одном аппарате при диспергировании одной из фаз в другую [1].

Процесс по этому способу ведут так, что газовая фаза непрерывно диспергируется мешалкой в жидкой фазе.

Для ускорения процесса окисления ведут при давлении не ниже 11,5 ати. В ходе реакции непрерывно поступает кислород, который подается в жидкую фазу. Образующиеся при окислении исходных материалов нитрозные газы взаимодействуют с кислородом

и водой, регенерируя при этом азотную кислоту.

Окисление нитрозных газов и поглощение продуктов окисления проводятся при той же температуре, что и окисление исходных материалов, т.е. не ниже 150°C. Для устранения вредного влияния повышенной температуры применено повышенное давление (не менее 11,5 ати), что значительно усложняет эксплуатацию оборудования и требует решения специальных вопросов по герметизации оборудования. Кроме того, применение повышенной температуры снижает коррозионную стойкость многих материалов, применяющихся в промышленности.

Предложенный способ отличается тем, что окисление ведут с охлаждением газовой фазы при диспергировании в нее жидкости, охлаждение газовой фазы ведут до 10-25°C, а кислород подают в газовое пространство над поверхностью раздела фаз. Это позволяет снизить рабочее давление и температуру, а также увеличить скорость процесса.

Снижение температуры газовой фазы со 150 до 25°C ускоряет реакцию

5

10

15

20

25

30

окисления нитрозных газов в 4 раза. Распыление жидкости в газовом пространстве облегчает поглощение продуктов окисления нитрозных газов и регенерацию азотной кислоты за счет увеличения поверхности раздела между фазами. Вследствие механического разрушения пены падающей жидкостью улучшается контакт между кислородом и нитрозными газами.

Ввод кислорода в приграничную зону через диспергатор позволяет интенсифицировать процесс за счет более равномерного распределения кислорода по всему объему аппарата, причем расстояние между уровнем жидкости и вводом кислорода (1-10 см) обеспечивает химическое разрушение пены, так как при окислении окиси азота - основной составной части нитрозных газов до двуокиси происходит уменьшение объема газов.

Способ заключается в следующем.

При проведении окисления в аппарат заливают рабочий раствор. Затем задают необходимое количество кислоты для создания нужной кислотности раствора. После этого аппарат продувают кислородом. В конце продувки загружают исходный материал, после чего аппарат герметично закрывают. При помощи теплообменника жидкую фазу нагревается до начала реакции, о чем судят по появлению бурых паров двуокиси азота и быстрому падению давления в аппарате. Сразу же после начала реакции включают охлаждение газовой фазы при помощи теплообменника, непрерывно контролируя температуру по термометрам и поддерживая температуру в газовой и жидкой фазах на оптимальном уровне раздельно. Давление в аппарате контролируют по манометру и поддерживают на заданном значении при помощи регулируемой подачи кислорода. Весь процесс ведут при непрерывном циркуляционном перемешивании жидкой фазы и распылением ее в газовом пространстве аппарата через распылительную форсунку. Контроль за окончанием реакции ведут по прекращению поглощения кислорода и исчезновению буровой окраски нитрозных газов.

Пример 1. С целью извлечения свинца в раствор проводят окисление 50 кг сульфидного свинцового концентрата с содержанием галенита 81,5%

азотной кислотой, концентрацией 55 г/л, взятой в количестве 500 л. Процесс ведут в аппарате емкостью 1 м³.

Проверены следующие варианты проведения процесса.

1. Известный способ, осуществляющийся без охлаждения газовой фазы и распыления жидкой фазы в газовом пространстве аппарата, для чего пузырь вводят при циркуляционном перемешивании ниже уровня жидкости. Кислород в аппарат подают без диспергатора (простая подача).

2. С охлаждением газовой фазы и распылением жидкой фазы в газовом пространстве аппарата и с простой подачей кислорода.

3. С охлаждением газовой фазы, распылением жидкой фазы и подачей кислорода над поверхностью раздела фаз на высоте 1-10 см над уровнем жидкости через диспергатор.

Температуру жидкой фазы поддерживают около 65°C. Повышение температуры приводит к уменьшению извлечения свинца в раствор, так как начинается окисление сульфидной серы до сульфат-ионов.

Во всех трех вариантах устанавливают степень окисления галенита, определенная по разности между количествами его в исходном материале и в остатке после окисления, продолжительность процесса и максимальное рабочее давление.

Результаты опытов приведены в таблице.

Пример 2. Проводят окисление раствора арсенита натрия. В качестве исходного материала используют 0,5 м³ раствора арсенита натрия с концентрацией мышьяка 50 г/л, в том числе 47,5 г/л трехвалентного мышьяка. Раствор подкисляют азотной кислотой до концентрации 50-60 г/л по HNO₃ и подвергают окислению по методике, описанной в примере 1 по тем же трем вариантам, в том же аппарате. При этом также устанавливают степень окисления мышьяка, продолжительность процесса и максимальное рабочее давление. Содержание трехвалентного мышьяка по окончании процесса во всех трех вариантах составляют менее 0,05 г/л.

Результаты окисления приведены в таблице.

BEST AVAILABLE COPY

681107

6

Материал	Вариант, №	Наличие охлаждения газовой фазы	Подача кислорода	Температура, °C		Максимальное рабочее давление, атм	Продолжительность процесса, ч	Степень окисления, %
				жидкой фазы	газовой фазы			
Галенит (в сульфидном свинцово- мом кон- центра- те)	1	Нет	Простая	65	80	0,5-1	9	99,3
	2	Есть	Простая	65	20-25	0,0-0,2	6	99,5
	3	Есть	На высоте 1-10 см над поверхностью жидкости	65	20-25	0,0-0,2	4,5	99,4
Раствор арсениита натрия	1	Нет	Простая	80	90	0,5-1	8	100
	2	Есть	Простая	75	20-25	0,0-0,2	5	100
	3	Есть	На высоте 1-10 см над поверхностью жидкости	75	20-25	0,0-0,2	3,5	100

Из данных таблицы видно, что применение одновременного нагрева жидкой и охлаждения газовой фаз с распылением жидкости в газовом пространстве аппарата и вводом кислорода по поверхности раздела фаз на высоте 1-10 см над уровнем жидкости не снижает степени окисления материалов.

Предложенный способ окисления материалов азотной кислотой и кислородом по сравнению с известными способами (вариант 1 для каждого материала), снижает максимальное рабочее давление за счет более интенсивного окисления нитрозных газов при пониженных температурах, а также ускоряет протекание процесса: с прямой подачей кислорода в 1,5 раза (вариант 2), с подачей кислорода на высоте 1-10 см под поверхностью жидкости - в два раза (вариант 3).

Формула изобретения

1. Способ окисления соединений металлов, например сульфидов, азот-

ной кислотой и кислородом при повышенной температуре с одновременной регенерацией азотной кислоты в одном аппарате при диспергировании одной из фаз в другую, отличающемся тем, что, с целью снижения рабочего давления и температуры и увеличения скорости процесса, окисление ведут с охлаждением газовой фазы при диспергировании в нее жидкости.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что охлаждение газовой фазы ведут до 10-25°C.

3. Способ по п. 1, отличающийся тем, что кислород подают в газовое пространство над поверхностью раздела фаз.

Источники информации, принятые во внимание при экспертизе

1. Патент ФРГ № 2232570, кл. C 22 B 3/00, 1975.

Составитель А. Важина
Редактор Т. Фадеева Техред О. Андрейко Корректор С. Патрушева

Заказ 5036/26 Тираж 727 Подписьное
ЦНИИПИ Государственного комитета СССР
по делам изобретений и открытий
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Филиал ППП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4